

L1 ANSWER 2 OF 3 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN
AN 1985-095357 [16] WPINDEX
DNC C1985-041249

TI Refining di benzylidene sorbitol (s) - by treating with phenyl hydrazine,
for incorporation into polypropylene resin.

DC A17 A60 E13

PA (SHOW) SHOWA DENKO KK

CYC 1

PI JP 60042385 A 19850306 (198516)* 3 <--

ADT JP 60042385 A JP 1983-150359 19830819

PRAI JP 1983-150359 19830819

IC C07D493-04

AB JP 60042385 A UPAB: 19930925

The method is effected by treating the dibenzylidene sorbitols with
phenylhydrazine or a deriv.

ADVANTAGE - The refined sorbitol is incorporated into polypropylene
resin at the ratio of 0.3 wt.%, which is subjected to injection moulding
at 250 deg. C to give a board-like article (10 cm x 10 cm, 2 mm width),
which is odourless and transparent.

In an example, 500 ml.-capacity flask was charged with 20 g of
bis (p-methylbenzylidene) sorbitol (having readily sensible odour), to
which was added 1 g of 2,4-dinitrophenyl hydrazine dissolved in 200 ml of
acetone, followed by stirring for one hour at room temp. To the resultant
was added 250 ml of water to give a yellow cake, which was washed with
methanol and then with water, followed by drying at 85 deg. C for 6 hrs.
No substantial loss of bis (p-methylbenzylidene) sorbitol was observed. The
refined material was odourless or slightly odourant.

0/0

FS CPI

FA AB

MC CPI: A04-G03B; A08-M04; A08-M09; A09-A02; A11-B12; E06-A02; E07-A04;
E10-A19

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭60-42385

⑫ Int.Cl.
C 07 D 493/04識別記号
106
府内整理番号
7252-4C

⑬ 公開 昭和60年(1985)3月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 ジベンジリデンソルビトール類の精製法

⑮ 特願 昭58-150359

⑯ 出願 昭58(1983)8月19日

⑰ 発明者 松比良伸也 大分市大字寒田480番地

⑱ 出願人 昭和电工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号

⑲ 代理人 弁理士 菊地精一

明細書

1. 発明の名称

ジベンジリデンソルビトール類の精製法

2. 特許請求の範囲

ジベンジリデンソルビトール類をフェニルヒドラジンまたはその誘導体で処理することを特徴とするジベンジリデンソルビトール類の精製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ジベンジリデンソルビトール類の精製法に関するものである。

ジベンジリデンソルビトール類は、ポリオレフィン樹脂、特にポリプロピレンに少量添加することにより樹脂の透明性を向上させる効果を有しており、特に透明性を要求する各種容器等の分野の樹脂用添加剤として有用な化合物である。

ところがジベンジリデンソルビトール類は有機溶剤をゲル化する効果が極めて強いため、その製造時に、未反応原料である(アルキル)ベンズアルデヒドを完全に除去することが難しい。このため、これを樹脂に添加した場合、樹脂に臭いがつ

き、これがジベンジリデンソルビトールを前記用途分野に広く用いるに当っての大きな障害となっていた。

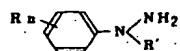
ジベンジリデンソルビトール類の精製法に関する限り、ビス(アルキルベンジリデン)ソルビトールについて、低級脂肪族ケトンの共存下にPH7以上で加熱処理する方法(特開昭57-18528.7)が提案されており、同方法によればビス(アルキルベンジリデン)ソルビトール中のアルキルベンズアルデヒドの含有量が1.0~3.0 ppm以下に下げられるとされているが、臭いの点では、精製の程度は不十分であった。

以上のような状況に鑑み、本発明者は、臭いの改善を目指し、その原因物質である未反応原料のひとつ(アルキル)ベンズアルデヒドの除去に重点を置いて、ジベンジリデンソルビトール類の精製法について鋭意研究した結果、ジベンジリデンソルビトール類をフェニルヒドラジンまたはその誘導体で処理することを特徴とするジベンジリデンソルビトール類の精製法を完成するに至ら

た。

本発明において、ジベンジリデンソルビトール類としては、ジベンジリデンソルビトール自身、およびビス（P-メチルベンジリデン）ソルビトール、ビス（ジメチルベンジリデン）ソルビトール、ビス（トリメチルベンジリデン）ソルビトール等のビス（アルキルベンジリデン）ソルビトールが例示される。

また、本発明の方法において用いられるフェニルヒドラジンとその開導体としては、一般にアルデヒド類と反応してヒドラジンを形成し易いものなら原則として如何なるものでも良いが、通常は次の一般式



（式中、Rは水素原子、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基又はニトロ基、R'は水素原子、低級アルキル基又はアリール基、nは1～3の整数を示す。）にて表わされる化合物が

ことが望ましい。

以下に本発明の詳細を実施例にて示すが、以下において、6段階評価法臭気度とは、数人のパネラーが、6段階、即ち0-無臭、1-何の臭いかわからない程度にわずかに臭う、2-何の臭いかやっとわかる程度に臭う、3-容易に感じられる臭い、4-強く臭う、5-さらに強く臭う、で評価し、その平均をとった数値をいう。

実施例1

内容積500mlのフラスコにビス（P-メチルベンジリデン）ソルビトール（臭気度3）を20gを採り、これに2,4-ジニトロフェニルヒドラジン1gをアセトン20.0mlに溶解した液を加え、そのまま室温にてかきまぜながら1時間処理した後、水250mlを加えて得られた黄色のケーキをメタノールおよび水でそれぞれ洗浄する。このケーキを85℃乾燥器中で6時間乾燥する。

この処理によるビス（P-メチルベンジリデン）ソルビトールの損失は実質上無かった。6段

特開昭60-42385(2)

用いられる。これらについて代表的なものを示せば、例えば、フェニルヒドラジン、トリルヒドラジン、O-メトキシフェニルヒドラジン、P-ブロモフェニルヒドラジン、P-ニトロフェニルヒドラジン、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン、α-メチル-α-フェニルヒドラジン、α,α-ジフェニルヒドラジン、β-ナフチルヒドラジン等である。

ジベンジリデンソルビトールのヒドラジン数による処理は、溶媒中にて、ジベンジリデンソルビトールの加水分解を生じない条件下に両者を接触させる方法が簡便である。この場合において溶媒としては特に制限はないが、フェニルヒドラジン類を比較的良く溶解するアルコール、エーテル、クロロホルム、アセトン、ベンゼン等を用いるのが工業的に有利である。使用するヒドラジン類の量は、本発明による精製前のジベンジリデンソルビトール中に含まれる（アルキル）ベンズアルデヒドと等モル量ないしその数倍量である。処理温度は、精製反応を促進するために、若干加温する

附評価法による臭気強度は0～1であった。

こうして得られたビス（P-メチルベンジリデン）ソルビトールをポリブロビレン樹脂に0.3重量%添加し、成形温度250℃にて10cm×10cm、厚み2mmの板状に射出成形したところ、成形品には臭気が殆どなく（臭気0）、20ショットの成形でも金型への添加剤の付着はなく、成形品の透明性に変化は無く、比較例1の最初の成形品のそれと同等であった。

比較例1

実施例1と同じポリブロビレンに実施例1に用いたと同じ市販のビス（P-メチルベンジリデン）ソルビトール（臭気強度3）を0.3重量%添加して、実施例1と同一条件で、同一の板状成形品を得たところ、成形品には臭いがあり（臭気度2）。また10ショット目より、成形品の透明性が低下してきた。射出成形後の金型には、添加剤の付着が認められた。

以上、本発明によれば、非常に簡易にジベンジリデンソルビトール類を精製して、その臭いを除

特開昭60-42385(3)

去すことができ、従ってそれを使用するポリオレフィン樹脂の臭いを消すことができるとともに、成形における添加剤のブリードを消すことができる効果を達成することができる。

実施例2

2,4-ジニトロフェニルヒドラジンに代えて、フェニルヒドラジン、 α -メチル- α -フェニルヒドラジン、 β -ナフチルヒドラジンをそれぞれ用いた他は全て実施例1と同様の処理をしたところ、ビス(α -メチルベンジリデン)ソルビトールの臭気度はそれぞれ1であった。

特許出願人 昭和電工株式会社